



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11)

EP 0 968 703 A1

(12)

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:  
05.01.2000 Bulletin 2000/01

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>: A61K 7/00

(21) Numéro de dépôt: 99401282.1

(22) Date de dépôt: 28.05.1999

(84) Etats contractants désignés:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE

Etats d'extension désignés:  
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: 15.06.1998 FR 9807517

(71) Demandeur: L'OREAL  
75008 Paris (FR)

(72) Inventeur: Gabin, Gérard  
75009 Paris (FR)

(74) Mandataire:  
Dodin, Catherine  
L'OREAL-DPI  
6 rue Bertrand Sinholle  
92585 Clichy Cédex (FR)

(54) Composition cosmétique ou pharmaceutique se présentant sous forme de solide et pouvant être déformable

(57) L'invention concerne une nouvelle composition cosmétique ou pharmaceutique se présentant sous forme de solide et pouvant être déformable.

Cette composition comprend, dans un milieu cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable, au

moins un agent structurant pouvant se présenter sous forme de particules ayant une granulométrie moyenne de 1 à 300 microns, et au moins un agent absorbant organique.

La composition peut notamment être préparée par mélange suivi de malaxage et extrusion dans un extrudeur, de préférence un extrudeur bi-vis.

EP 0 968 703 A1

## Description

[0001] La présente invention a trait à une composition cosmétique ou pharmaceutique, se présentant sous forme d'un solide pouvant être déformable.

5 [0002] Certaines compositions cosmétiques se présentent sous forme de liquides ou de crèmes plus ou moins visqueux. Plus les compositions sont liquides, plus il est difficile de les prendre dans les mains; en effet, ces compositions ont tendance à s'échapper entre les doigts. Par ailleurs, elles nécessitent également l'utilisation de conditionnements étanches pour éviter les fuites de produit.

10 De façon simplifiée, une composition capillaire comprend généralement un ou plusieurs actifs tels que des détergents, des colorants, des actifs conditionneurs et/ou des actifs de permanente, dans un support ou milieu cosmétiquement acceptable contenant une grande quantité d'eau et le plus souvent des agents tensioactifs. Après chaque traitement spécifique des cheveux (shampooing, permanente, coloration, etc.), il est généralement nécessaire de rincer les cheveux afin de ne garder sur ceux-ci que les actifs traitants et éliminer le support, notamment les agents tensioactifs. Malheureusement, un grand nombre de compositions capillaires présentent l'inconvénient d'être

15 difficiles à rincer et/ou de laisser des traces de produit sur les cheveux, leur conférant notamment un aspect collant, ciré, poisseux.

Il a été proposé, par la demande EP0692248, une composition capillaire nouvelle, permettant de remédier aux inconvénients mentionnés ci-dessus. En particulier cette composition se rince de façon remarquable et présente une texture tout à fait inhabituelle. En outre, elle est simple à appliquer. Cette composition comprend, dans un milieu cosmétiquement acceptable, un agent structurant insoluble dans ce milieu et formé de particules solides, conférant à

20 la composition un aspect de solide déformable dans lequel le milieu est emprisonné, cet agent étant apte à s'éliminer au moyen d'un diluant.

Il a également été proposé, par la demande EP0692240, une composition destinée au traitement ou au nettoyage de la peau, qui contient des actifs, associés ou non à des détergents, et qui se rince de façon remarquable, tout en

25 présentant une texture tout à fait inhabituelle, simple à appliquer.

Toutefois, ces compositions pour le traitement ou le nettoyage de la peau ou des cheveux présentent quelques difficultés à se déliter au contact d'un liquide, notamment au contact d'eau, froide ou même chaude, ce qui ne facilite pas leur emploi. Elles nécessitent par ailleurs l'utilisation d'assez grandes quantités d'agent structurant, ce qui peut nuire à leurs propriétés cosmétiques. Enfin, ces compositions ont par ailleurs tendance à se dessécher au cours de leur vieillissement.

30

[0003] La présente invention a pour but de résoudre ce problème et de proposer une composition qui se présente sous forme de solide pouvant être déformable, et qui soit susceptible de se déliter aisément au contact d'un liquide de préférence aqueux.

[0004] Par 'délitage' au sens de la présente invention, on entend un délitage à l'aide d'un liquide et non pas un délitage au toucher comme cela est le cas pour certaines compositions de maquillage de type fards à paupières qui peuvent être prélevées au doigt ou à l'aide d'un pinceau.

35

Ce délitage à l'aide d'un liquide correspond en fait à une déstructuration du solide, avec une solubilisation ou une mise en dispersion des particules dans le liquide.

[0005] La présente invention a donc pour objet une composition cosmétique ou pharmaceutique se présentant sous forme de solide, pouvant être déformable, et comprenant, dans un milieu cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable, au moins un agent structurant, caractérisée par le fait qu'elle comprend en outre au moins un agent absorbant organique.

40

L'invention a également pour objet l'utilisation d'une telle composition pour le traitement cosmétique de la peau du visage et du corps, des cheveux, du cuir chevelu ou des muqueuses.

[0006] La composition ainsi obtenue présente l'avantage de se disperser rapidement et facilement dans un liquide, ce qui permet son utilisation aisée.

45

De plus, la composition se présentant de préférence sous forme d'un solide déformable, elle ne s'écoule pas entre les doigts.

D'autre part, elle présente un grand confort à l'application; par exemple, on ne constate aucune coulure de la composition risquant d'irriter notamment le visage et les yeux. Cette absence de coulure est très appréciée dans le cas des permanentes et des colorations, ainsi que pour les shampooings destinés aux enfants.

50

La composition selon l'invention présente également l'avantage d'être aisément hydratée en surface en contact avec de l'eau ou une surface humide au moment de l'utilisation.

Enfin, cette composition est très agréable au toucher et présente une douceur remarquable.

[0007] La composition selon l'invention comprend donc, dans un milieu adéquat c'est-à-dire par exemple un milieu cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable, un agent structurant qui est de préférence insoluble dans ledit milieu.

55

Cet agent structurant présente la particularité de s'éliminer facilement du support sur lequel est appliquée la

## EP 0 968 703 A1

composition, et en particulier des cheveux ou de la peau, par simple dilution.

Cet agent structurant permet de préparer une composition se présentant sous forme solide, mais qui peut également être sous forme solide déformable. On entend par 'déformable' le fait que la composition se présente sous une forme solide, sèche, malléable, ressemblant à de la guimauve (voir le document US-A-3 682 659 pour la consistance de la guimauve).

La composition, dans ce cas, peut être modelée aisément à la main, comme de la pâte à modeler pour enfants. Elle peut également être rompue facilement à la main afin de ne prélever que la quantité nécessaire de produit. En particulier, cette composition peut être conditionnée sous forme de monodose et par exemple sous forme de petits cubes ou de berlingots.

La composition selon l'invention peut présenter notamment une structure homogène, même lorsqu'elle comprend des constituants conduisant normalement à des phases distinctes (constituants non miscibles sans emploi de tensioactif, tels que huile et eau; constituants difficiles à mettre en oeuvre ensemble tels que polymère cationique et polymère anionique). Ceci est en particulier vrai lorsque la composition est préparée par extrusion.

[0008] L'agent structurant présent dans la composition est de préférence formé de particules rigides et est insoluble dans le milieu. Il peut être formé d'un ou plusieurs types de particules.

En vue d'obtenir un solide au toucher agréable et doux, il est souhaitable d'utiliser des particules ayant une granulométrie moyenne de 1 à 300 microns ( $\mu\text{m}$ ), par exemple de 5 à 200  $\mu\text{m}$ , et de préférence de 10 à 100  $\mu\text{m}$ , et encore mieux de 15 à 40  $\mu\text{m}$ .

Afin de conférer à la composition de l'invention un aspect aéré et léger, on utilise avantageusement des particules ayant une densité inférieure à 0,1, notamment inférieure à 0,09 et, mieux, inférieure à 0,06 et, encore mieux inférieure à 0,04.

En vue d'obtenir cette faible densité, on utilise avantageusement des particules creuses remplies d'un gaz. Ce gaz peut être notamment de l'air, de l'azote, de l'isobutane, de l'isopentane.

Selon une autre caractéristique avantageuse de l'invention, les particules se présentent sous forme de billes. Il est toutefois possible d'utiliser des particules ayant la forme de fibres ou d'aiguilles.

Ces particules peuvent être réalisées en différents matériaux inertes ne réagissant pas chimiquement avec le milieu; en particulier ces particules ne réagissent pas avec les huiles, les tensioactifs, l'eau et les différents autres constituants de la composition tels que les actifs.

[0009] Comme critère de choix de l'agent structurant, on peut réaliser le test suivant :

- mélange des particules testées avec de l'eau contenant un colorant usuel, jusqu'à l'obtention d'une pâte colorée,
- versement d'une goutte d'eau sur la pâte ainsi préparée.

Lorsque la pâte au point d'impact de la goutte d'eau est beaucoup plus claire que le reste de la pâte, cela signifie que les particules considérées sont candidates comme agent structurant; inversement, lorsque la pâte au point d'impact ne s'est pas décolorée, les particules considérées ne sont pas appropriées.

[0010] Les particules inertes sont avantageusement réalisées en verre ou en matériaux thermoplastiques comme les polyamides tels que le Nylon, les polymères ou copolymères d'acrylonitrile, de chlorure de vinyle, de chlorure de vinyle et/ou de monomère acrylique ou styrénique, éventuellement expansés. Le monomère acrylique est par exemple un acrylate ou méthacrylate de méthyle ou d'éthyle. Le monomère styrénique est par exemple l' $\alpha$ -méthylstyrène ou le styrène.

Comme particules de verre utilisables dans l'invention, on peut citer les billes de verres creuses vendues par la société 3M sous la référence Scotchlite Glass Bubbles S 22. 95 % de ces billes ont un diamètre inférieur à 74  $\mu\text{m}$ .

Comme particules de Nylon, on peut utiliser les particules d'Orgasol vendues par la société Atochem. Ces particules sont des sphères pleines, poreuses, de diamètre allant de 5  $\mu\text{m}$  à 60  $\mu\text{m}$ .

De préférence, les particules sont des particules creuses déformables d'un copolymère expansé de chlorure de vinyle et d'acrylonitrile, ou de chlorure de vinyle, d'acrylonitrile et de méthacrylate. On peut par exemple utiliser un polymère contenant 0-60% de motifs dérivés du chlorure de vinyle, 20-90% de motifs dérivés d'acrylonitrile et 0-50% de motifs dérivés d'un monomère acrylique ou styrénique, la somme des pourcentages (en poids) étant égale à 100%. Le monomère acrylique peut être le (méth)acrylate de méthyle ou d'éthyle. Le monomère styrénique peut être le styrène ou le  $\alpha$ -méthylstyrène.

Plus préférentiellement, les particules utilisées dans la présente invention sont des particules creuses d'un copolymère expansé de chlorure de vinyle et d'acrylonitrile ou de chlorure de vinyle, d'acrylonitrile et de méthacrylate de méthyle. Ces particules peuvent être sèches ou hydratées.

De façon préférentielle, la masse volumique de ces particules est choisie dans la gamme allant de 15 à 200  $\text{kg/m}^3$  et mieux de 40 à 120  $\text{kg/m}^3$ , et encore mieux de 60 à 80  $\text{kg/m}^3$ .

Les particules utilisables dans l'invention sont par exemple les microsphères de terpolymère expansé de chlorure de

## EP 0 968 703 A1

vinylidène, d'acrylonitrile et de méthacrylate, vendues sous la marque EXPANCEL par la société Nobel Casco et en particulier sous les références 551 DE 12 (granulométrie d'environ 12  $\mu\text{m}$  et masse volumique d'environ 40  $\text{kg/m}^3$ ), 551 DE 20 (granulométrie d'environ 30  $\mu\text{m}$  et masse volumique d'environ 65  $\text{kg/m}^3$ ), 551 DE 50 (granulométrie d'environ 40  $\mu\text{m}$ ), 461 DE 50 et 642 WE 50 de 50  $\mu\text{m}$  de granulométrie environ, 551 DE 80 (granulométrie de 80  $\mu\text{m}$  environ). On peut aussi utiliser des particules de ce même terpolymère expansé, ayant une granulométrie d'environ 18  $\mu\text{m}$  et une masse volumique d'environ 60 à 80  $\text{kg/m}^3$  (Expancel EL23) ou encore de granulométrie d'environ 34  $\mu\text{m}$  et de masse volumique d'environ 20  $\text{kg/m}^3$ . On peut encore utiliser des particules de polymère de chlorure de vinylidène et d'acrylonitrile ou de chlorure de vinylidène, d'acrylonitrile et de méthacrylate non expansé comme celles vendues sous la marque EXPANCEL avec la référence 551 DU 10 (granulométrie d'environ 10  $\mu\text{m}$ ) ou 461 DU 15 (granulométrie d'environ 15  $\mu\text{m}$ ).

Comme autres particules creuses polymériques utilisables dans l'invention, on peut encore citer les polymères et les copolymères obtenus à partir des esters ou acides, itaconique, citraconique, maléique, fumarique, de l'acétate ou lactate de vinyle. (Voir à cet effet le document JP-A-2-112304).

[0011] On peut encore citer les microsphères microporeuses vendues par Dow Corning sous la dénomination 'POLYTRAP' qui sont formées de copolymères méthacrylate de lauryle/diméthacrylate d'éthylèneglycol; ou celles vendues par Seppic sous la dénomination 'MICROPEARL'; ou les microparticules de silice à porosités ouvertes ou creuses telles que celles vendues par Miyoshi Kasei sous la dénomination 'SILICA BEADS S700'.

[0012] La composition selon l'invention peut comprendre, d'une manière générale, 1 à 50% en poids d'agent structurant, de préférence 5 à 10% en poids par rapport au poids total de la composition.

[0013] La composition comprend en outre au moins un agent absorbant organique. Par agent absorbant, on entend tout composé susceptible de piéger rapidement une grande quantité d'eau. L'agent absorbant organique est donc généralement un composé hydrophile ou amphiphile.

Par agent absorbant au sens de la présente invention, on entend tout composé ayant une capacité statique d'absorption d'eau, à température ambiante (25°C), supérieure ou égale à 3 fois son poids.

De préférence, on choisit les agents absorbants parmi les composés ayant une capacité statique d'absorption d'eau supérieure ou égale à 5 fois son poids, et préférentiellement supérieure ou égale à 15 fois son poids.

Le test pour mesurer ladite capacité statique d'absorption d'eau est décrit avant les exemples.

Cet agent absorbant permet d'obtenir une composition sous forme de solide, notamment déformable, qui se délite aisément à l'aide d'un diluant qui est généralement de l'eau, froide ou chaude, mais qui peut également être de l'eau additionnée d'un ou plusieurs solvants polaires cosmétiquement acceptables, tels que les alcools ayant 2 à 20 atomes de carbone (isopropanol, éthanol notamment), le propylène glycol, ou encore de l'eau additionnée d'un ou plusieurs tensioactifs. On peut aussi utiliser des milieux aqueux plus complexes.

[0014] En particulier, on peut choisir l'agent absorbant parmi, seul ou en mélange :

- les carboxyméthylcelluloses de sodium réticulées.

De tels produits sont notamment vendus par AVEBE sous la dénomination PRIMELLOSE.

- les sciures et les farines de bois de granulométrie moyenne inférieure à 250 microns, et notamment la farine d'épicéa ou la farine de hêtre.

De tels produits sont notamment vendus par la Société Parisienne des Sciures, sous la dénomination T140 (farine d'épicéa) ou H160/0 (farine de hêtre).

- les amidons modifiés.

Les amidons naturels ne possèdent généralement pas une bonne capacité statique d'absorption d'eau; il est généralement nécessaire de les modifier de manière à obtenir un agent absorbant au sens de l'invention. Une telle modification peut consister en un greffage de sel de sodium faiblement réticulé et/ou en une prégélatinisation.

Parmi les amidons modifiés susceptibles d'être utilisés, on peut citer les féculs de pomme de terre prégélatinisées quaternisées, les amidons de maïs prégélatinisés, les carboxyméthylamidons de pomme de terre réticulés, les phosphates de diamidon de manioc prégélatinisés et éventuellement hydroxypropylés, les phosphates de diamidon de pomme de terre prégélatinisés et éventuellement acétylés. Parmi les produits commercialement disponibles, on peut citer les produits vendus par AVEBE sous les dénominations PREGEL ou PRIMOGEL, ou ceux vendus par NATIONAL STARCH sous la dénomination STRUCTURE ZEA.

- certains polyacrylates, et notamment ceux vendus par OSAKA YUKI sous la dénomination PQ POLYMER.

[0015] Les agents absorbants particulièrement préférés sont notamment choisis parmi les farines de bois et les amidons modifiés.

## EP 0 968 703 A1

[0016] La composition selon l'invention peut comprendre, d'une manière générale, 1 à 60% en poids d'agent absorbant organique, de préférence 5 à 50% en poids, et préférentiellement 10 à 35% en poids, par rapport au poids total de la composition.

Cette quantité peut varier selon la nature de l'agent absorbant utilisé ainsi que selon la facilité de délitage souhaitée.

5 Ainsi, les composés dont la structure chimique comprend au moins un motif dérivé du sucre sont généralement employés en une quantité supérieure ou égale à 5% en poids par rapport au poids total de la composition.

[0017] La composition selon l'invention comprend en outre un milieu adéquat pour l'utilisation envisagée, en particulier un milieu cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable.

10 Ce milieu est de préférence aqueux, c'est-à-dire qu'il comprend soit uniquement de l'eau, soit de l'eau et un solvant tel que par exemple l'éthanol, le propylène glycol, le butylène glycol, l'isopropanol, les éthers de glycol tel que les alkyl(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)éther de mono, di- ou tripropylène glycol, mono, di- ou triéthylène glycol, le dipropylène glycol, le diéthylène glycol et leurs mélanges.

Le milieu peut également être anhydre ou essentiellement anhydre.

15 [0018] La composition selon l'invention peut en outre comprendre tout additif susceptible d'être utilisé dans le domaine d'application considéré.

En particulier, elle peut comprendre des huiles minérales, animales, végétales, synthétiques ou siliconées, lesdites huiles pouvant être volatiles ou non; des corps gras pâteux; des cires d'origine animale, minérale, végétale ou synthétique; des gélifiants; des filtres UV; des parfums; des tensioactifs non ioniques, anioniques, cationiques ou amphotères; des polymères éventuellement filmogènes; des conservateurs; des antioxydants; des agents régulateurs de pH; des séquestrants; des pigments; des charges; des actifs cosmétiques ou pharmaceutiques; des générateurs de l'eau oxygénée et/ou d'oxygène; de l'ammoniaque; des sels d'ammonium; des agents anti-radicaux libres; des hydratants; des agents réducteurs; des silicones.

20 Bien entendu l'homme du métier veillera à choisir ce ou ces éventuels additifs complémentaires, et/ou leur quantité, de manière telle que les propriétés avantageuses de la composition selon l'invention ne soient pas, ou substantiellement pas, altérées par l'adjonction envisagée.

25 [0019] D'une manière préférée, la composition finale obtenue peut présenter une densité allant de 0,03 à 1, avec une teneur en eau pouvant être comprise entre 0 et 98% en poids. Il est également possible de déshydrater, partiellement ou totalement, la composition préparée selon l'invention.

30 En effet, on a constaté que le délitage pouvait être lié, d'une part, à la nature et/ou la quantité d'agent absorbant présent, et, d'autre part, à la quantité d'eau présente dans la composition. L'eau initialement présente étant absorbée, au sein de la composition, par l'agent absorbant, il s'en suit que la capacité d'absorption dudit agent est amoindrie, d'où un délitage moins facile.

De plus, le fait de disposer d'une composition anhydre, peut permettre de diminuer la quantité d'agent conservateur présent dans la formule, voire de préparer une composition ne comprenant pas du tout de conservateur.

35 [0020] La composition selon l'invention trouve en particulier une application dans le domaine cosmétique, notamment dans le domaine capillaire et dans le domaine du nettoyage et/ou du soin de la peau du corps et/ou du visage.

La composition selon l'invention peut se présenter sous forme de bâton, de crayon, de stick, de pain, voire de pâte, et constituer en elle-même un nouveau type de produit cosmétique ou pharmaceutique.

40 En particulier, elle peut être un produit de nettoyage, de soin et/ou de conditionnement des cheveux tel que des soins capillaires à rincer ou non, des produits de coiffage; des shampooings ou après shampooings.

Elle peut également être un produit de nettoyage, de soin et/ou d'hygiène de la peau humaine (corps et/ou visage), des muqueuses et/ou du cuir chevelu, et notamment un produit pour le bain ou la douche, un déodorant, un produit de soin du visage, un masque pour le visage éventuellement chauffant, un produit de nettoyage du corps ou du visage, un amincissant, un produit de rasage ou d'après-rasage, un produit parfumant.

45 Elle peut encore être un produit de maquillage tel que rouge à lèvres, mascaras, fond de teint ou fard à joues ou à paupières.

Par exemple, lorsqu'elle se présente sous la forme d'un masque, éventuellement chauffant, à appliquer sur le visage, la composition selon l'invention peut comprendre :

- 50
- 2 à 25% en poids, de préférence 5 à 15% en poids, d'agent structurant;
  - 5 à 40% en poids, de préférence 10 à 25% en poids, d'agent absorbant;
  - 5 à 40% en poids, de préférence 15 à 30% en poids, de kaolin;
  - 55 - 10 à 70% en poids, de préférence 20 à 50% en poids, de glycol,

## EP 0 968 703 A1

- 2 à 40% en poids, de préférence 5 à 25% en poids, de tensioactif, et
- 0 à 50% en poids, de préférence 15 à 30% en poids d'eau.

5 [0021] Lorsqu'elle se présente sous la forme d'un stick poudreux à réhydrater ou non, la composition selon l'invention peut comprendre :

- 2 à 25% en poids, de préférence 5 à 15% en poids, d'agent structurant;
- 10 - 5 à 35% en poids, de préférence 10 à 25% en poids, d'agent absorbant;
- 20 à 80% en poids, de préférence 30 à 60% en poids, d'huile;
- 15 - 0 à 60% en poids, de préférence 10 à 50% en poids, de glycol,
- 2 à 30% en poids, de préférence 10 à 20% en poids, de tensioactif, et
- 0 à 30% en poids, de préférence 10 à 20% en poids d'eau.

20

[0022] La composition selon l'invention peut être préparée par tout moyen connu de l'homme du métier, et en particulier par simple mélange des différents constituants et moulage dans un moule adéquat. Elle peut encore être par mélange suivi de malaxage et extrusion dans un extrudeur, de préférence un extrudeur bi-vis, notamment un extrudeur bi-vis telle que celles décrites dans les brevets EP605284 ou FR2715306, et dans laquelle les deux vis tournent dans le même sens.

25 La masse extrudée sort de la filière d'extrusion sous la forme de boudins de diamètre donné selon la filière utilisée, pouvant être ensuite découpés et mis en forme, notamment, de bâton ou de pain solide. D'autres formes peuvent bien entendu être réalisées en choisissant des filières appropriées et des dispositifs de mise en forme des produits finaux adaptés à la forme recherchée.

30 La masse extrudée peut également être déshydratée et/ou broyée et/ou compactée après son obtention.

Le procédé d'extrusion peut être effectué à chaud, à température ambiante ou en présence d'un système de réfrigération. De préférence la totalité du procédé d'extrusion est réalisé à température ambiante, de l'ordre de 20-25°C, ou à froid, ce qui permet l'utilisation de matières premières sensibles à la chaleur, du type vitamines ou huiles volatiles.

35 D'autre part, ceci permet d'introduire les matières premières sensibles à la chaleur dans n'importe quelle zone de l'extrudeur (en tête, au milieu ou en final) puisqu'aucune détérioration due à la chaleur n'est à craindre. Ceci est en particulier avantageux pour l'introduction des agents structurant du type EXPANCEL.

Il est également possible d'effectuer une partie de l'extrusion sous gaz inerte (azote par exemple), ce qui peut être avantageux lorsque l'on emploie des produits oxydables.

40 L'extrusion étant généralement effectuée à température ambiante, la matrice formant la composition n'est pas une matrice d'un réseau expansé.

[0023] L'invention est illustrée par les exemples donnés ci-après. Dans ces exemples, les pourcentages sont donnés en poids et MA signifie matière active.

### 45 Test de mesure de la capacité statique d'absorption d'eau

[0024] A température ambiante, on dispose dans un bécher le composé à tester en une quantité de x grammes; on ajoute de l'eau en une quantité de 3x grammes. On laisse reposer, sans agiter, pendant 1 minute.

50 S'il ne reste plus d'eau libre (eau surnageante) après ladite minute, le composé peut être considéré comme un agent absorbant au sens de l'invention.

### Test de délitage (délitage dynamique)

55 [0025] A température ambiante (environ 25°C), on dispose 4 grammes de masse extrudée sous forme de boudin de diamètre d'environ 2,5 cm (environ 25 cm<sup>3</sup> à titre indicatif) dans un récipient de 12 cm de diamètre et 5 cm de hauteur.

On ajoute 100 ml d'eau et on mélange manuellement à l'aide d'une spatule.

# EP 0 968 703 A1

[0026] On considère que la composition se délite au sens de l'invention lorsqu'il ne reste plus d'agréats non dissociés après 120 secondes (2 minutes).

On considère que le délitage est rapide lorsqu'il ne reste plus d'agréats non dissociés après 20 secondes.

## Exemple 1

[0027] On teste différentes matières premières selon le test de mesure de capacité d'absorption statique d'eau ci-dessus mentionné, et l'on obtient les résultats suivants:

Nature chimique	Produit commercial	Résultat
Adipate de diamidon de maïs cireux acétylé réticulé	C*TEX 06205 de Cerestar	Non
Adipate de diamidon de maïs cireux acétylé réticulé	C*TEX 063004 de Cerestar	Non
Amidon de maïs pré-gélatinisé	C*PHARM 12018 de Cerestar	Oui
Carboxyméthylamidon de pomme de terre, sel de sodium, réticulé	PRIMOGELE de Avebe	Oui
Fécule de pomme de terre pré-gélatinisée quaternisée	SOLVITOSE N de Avebe	Oui
Maltodextrine de pomme de terre hydrolysée (DE 3) acétylée	AMYLOGUM CLS de Avebe	Non
Phosphate de diamidon de manioc hydroxypropylé pré-gélatinisé	PREGEL VA-70-T de Avebe	Oui
Phosphate de diamidon de manioc pré-gélatinisé	PREGEL TK1 de Avebe	Oui
Phosphate de diamidon de pomme de terre acétylé pré-gélatinisé	PREJEL 200 de Avebe	Oui
Carbomer	CARBOPOL 980 de Goodrich	Non
Dérivé de cellulose	Natrosol Plus Grade 330CS de Aqualon	Non
'Non' signifie que la matière première ne peut pas être considérée comme un agent absorbant au sens de l'invention.		
'Oui' signifie que la matière première est un agent absorbant au sens de l'invention.		

## Exemple 2

[0028] On a réalisé, à partir d'un même support (eau + propylène glycol + tensioactif anionique), une formule comprenant uniquement un agent structurant (formule A témoin) et une formule comprenant un agent structurant et un agent absorbant (formule B selon l'invention).

Chaque formule a été placée dans un b cher en pr sence de la m me quantit  d'eau et mise sous agitation manuelle.

Agent structurant : Expancel 551 DE 50

Agent absorbant : Farine d' pic a T140

Quantit  d'eau : 80 ml pour 20 g de formule

[0029] On observe la facilit    se d liter pour les deux formules test es. On obtient les r sultats suivants :

	Formule A	Formule B
Agent structurant	5% en poids	5% en poids
Agent absorbant	0	25% en poids
D�litage	difficile	ais�

[0030] On constate donc que la présence d'agent absorbant permet bien d'améliorer le délitage d'une composition comprenant un agent structurant.

### Exemple 3

[0031] On prépare une composition de soin capillaire à rincer comprenant les ingrédients suivants :

- Carboxyméthylamidon de pomme de terre réticulé 27%
- Farine de bois d'épicéa 22%
- Microsphères expansées de copolymère acrylonitrile/méthacrylate de méthyle (Expancel 551 DE 50 de Nobel Casco) 5%
- Propylène glycol 16%
- Chlorure de cétyle triméthyle ammonium 4% MA
- Copolymère de chlorure de diméthylallyl ammonium/ acide acrylique 2,7% MA
- Eau qsp 100%

[0032] La composition est préparée à l'aide d'un extrudeur de type BC21 de la société CLEXTAL. Les matières premières sont introduites, à l'entrée de l'extrudeur bi-vis, dans la zone d'alimentation à température ambiante, de préférence environ 20°C. De préférence on introduit les matières premières solides en tête de l'extrudeur puis les matières premières liquides sont introduites latéralement. Le tout est malaxé dans diverses zones de l'extrudeur à température ambiante; la masse obtenue est transportée vers la sortie de l'extrudeur et extrudée au travers d'une filière. La vitesse des vis est de préférence comprise entre 400 et 500 tours/minute.

[0033] On obtient une masse extrudée sous la forme d'un boudin de 2,5 cm de diamètre. Cette composition se délite aisément par mélange dans un bol avec de l'eau et peut alors être directement utilisée.

### Exemple 4

[0034] On prépare, selon le mode opératoire de l'exemple 3, une composition pour la douche comprenant les ingrédients suivants:

- Carboxyméthylamidon de pomme de terre 34 %
- Microsphères expansées de copolymère acrylonitrile/méthacrylate de méthyle 4,5 %
- Lauryl éther sulfate de sodium 40 % MA
- Gommés (Caroube et carraghénane) 3,5%
- Eau qsp 100 %

[0035] On obtient une composition finale extrudée qui se délite aisément lorsqu'elle est appliquée sur une peau mouillée.

### Exemple 5

[0036] On prépare un produit nettoyant comprenant les ingrédients suivants:

- Carboxyméthylamidon de pomme de terre 16 %



- Microbilles de silice poreuse 4 %
- Lauryl glutamate monosodique 8 %
- 5 - Propylène glycol 10 %
- Cire liquide de jojoba 5 %
- 10 - Polydécène hydrogéné qsp 100 %

[0037] On obtient un nettoyant pour le visage, à réhydrater avant utilisation.

#### 15 Revendications

1. Composition cosmétique ou pharmaceutique se présentant sous forme de solide, pouvant être déformable, et comprenant, dans un milieu cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable, au moins un agent structurant, caractérisée par le fait qu'elle comprend en outre au moins un agent absorbant organique.
- 20 2. Composition selon la revendication 1, se présentant sous forme solide déformable.
3. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent structurant est formé de particules ayant une granulométrie moyenne de 1 à 300 microns ( $\mu\text{m}$ ), par exemple de 5 à 200  $\mu\text{m}$ , de préférence de 10 à 100  $\mu\text{m}$ , et encore mieux de 15 à 40  $\mu\text{m}$ .
- 25 4. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent structurant est formé de particules ayant une densité inférieure à 0,1, notamment inférieure à 0,09 et, mieux, inférieure à 0,06 et, encore mieux inférieure à 0,04.
- 30 5. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent structurant est choisi parmi les billes de verre, les particules de matériaux thermoplastiques comme les polyamides tels que le Nylon, les polymères ou copolymères d'acrylonitrile, de chlorure de vinylidène, de chlorure de vinyle et/ou de monomère acrylique ou styrénique, éventuellement expansés; les microsphères microporeuses; les microparticules de silice.
- 35 6. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent structurant est choisi parmi les particules creuses d'un copolymère expansé de chlorure de vinylidène et d'acrylonitrile, ou de chlorure de vinylidène, d'acrylonitrile et de méthacrylate de méthyle.
- 40 7. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent structurant est présent à raison de 1 à 50% en poids, de préférence 5 à 10% en poids, par rapport au poids total de la composition.
8. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent absorbant a une capacité statique d'absorption d'eau, à température ambiante (25°C), supérieure ou égale à 5, et préférentiellement supérieure ou égale à 15.
- 45 9. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent absorbant est choisi parmi les carboxyméthylcellulose de sodium réticulées; les sciures et les farines de bois de granulométrie moyenne inférieure à 250 microns, et notamment la farine d'épicéa ou la farine de hêtre; les amidons modifiés; certains polyacrylates; leurs mélanges.
- 50 10. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent absorbant est choisi parmi les farines de bois, les féculs de pomme de terre pré-gélatinisées quaternisées, les amidons de maïs pré-gélatinisés, les carboxyméthylamidons de pomme de terre réticulés, les phosphates de diamidon de manioc pré-gélatinisés et éventuellement hydroxypropylés, les phosphates de diamidon de pomme de terre pré-gélatinisés et éventuellement acétylés.
- 55 11. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'agent absorbant est présent en une

**EP 0 968 703 A1**

quantité de 1 à 60% en poids, de préférence 5 à 50% en poids, et préférentiellement 10 à 35% en poids, par rapport au poids total de la composition.

- 5      12. Composition selon l'une des revendications 1 à 9, dans laquelle l'agent absorbant est un composé dont la structure chimique comprend au moins un motif dérivé du sucre, et est présent dans la composition en une quantité supérieure ou égale à 5% en poids par rapport au poids total de la composition.
- 10      13. Composition selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle le milieu cosmétiquement ou pharmaceutiquement acceptable comprend uniquement de l'eau; comprend de l'eau et un solvant; ou est anhydre ou essentiellement anhydre.
- 15      14. Composition selon l'une des revendications précédentes, présentant une densité allant de 0,03 à 1, avec une teneur en eau pouvant être comprise entre 0 et 98% en poids.
- 20      15. Composition selon l'une des revendications précédentes, se présentant sous la forme d'un produit de nettoyage, de soin et/ou de conditionnement des cheveux tel que des soins capillaires à rincer ou non, des produits de coiffage; des shampooings ou après shampooings; d'un produit de nettoyage, de soin et/ou d'hygiène de la peau humaine (corps et/ou visage), des muqueuses et/ou du cuir chevelu, et notamment un produit pour le bain ou la douche, un déodorant, un produit de soin du visage, un masque pour le visage éventuellement chauffant, un produit de nettoyage du corps ou du visage, un amincissant, un produit de rasage ou d'après-rasage, un produit parfumant; d'un produit de maquillage tel que rouge à lèvres, mascaras, fond de teint ou fard à joues ou à paupières.
- 25      16. Composition selon l'une des revendications précédentes, susceptible d'être préparée par mélange suivi de malaxage et extrusion dans un extrudeur, de préférence un extrudeur bi-vis.
- 30      17. Composition selon la revendication 16, dans laquelle l'extrusion est réalisée à température ambiante, de l'ordre de 20-25°C, ou à froid.
- 35      18. Utilisation d'une composition selon l'une quelconque des revendications précédentes pour le traitement cosmétique de la peau du visage et du corps, des cheveux, du cuir chevelu ou des muqueuses.
- 40
- 45
- 50
- 55



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 99 40 1282

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
X	US 5 034 216 A (S. BARONE ET AL.) 23 juillet 1991 (1991-07-23) * revendication 1; exemple 5 *	1-7, 15-18	A61K7/00
X	US 4 994 264 A (D. VERDON ET AL.) 19 février 1991 (1991-02-19) * le document en entier *	1-3,5, 7-18	
X	US 5 385 729 A (M. PRENCIPE ET AL.) 31 janvier 1995 (1995-01-31) * revendications 1,6; exemple 3 *	1-3,5,7, 15-18	
X	US 4 202 878 A (L. RITZE) 13 mai 1980 (1980-05-13) * revendication 1; exemple 5 *	1	
A	EP 0 745 379 A (L'OREAL) 4 décembre 1996 (1996-12-04)	1	
A	WO 97 17055 A (L'OREAL) 15 mai 1997 (1997-05-15)	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
X	GB 2 291 429 A (THE BODY SHOP INT. PLC) 24 janvier 1996 (1996-01-24) * page 2, alinéa 2; revendications 1,6 *	1	A61K
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 28 septembre 1999	Examineur Glikman, J-F
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 (03.82) (PdA/C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 1282

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

28-09-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5034216 A	23-07-1991	AUCUN	
US 4994264 A	19-02-1991	AUCUN	
US 5385729 A	31-01-1995	US 5202112 A AU 671133 B AU 4462093 A BR 9303433 A CA 2104532 A EP 0584877 A GR 93100349 A, B MX 9304452 A NZ 248409 A PT 101342 A ZA 9305574 A AT 138557 T AU 652463 B AU 2076192 A CA 2075095 A CN 1077113 A, B CZ 283212 B DE 69211066 D DE 69211066 T DK 525913 T EP 0525913 A ES 2090485 T FI 923466 A GR 92100345 A, B HK 1007493 A HU 61892 A HU 212964 B JP 5194166 A MX 9204292 A NO 301214 B NZ 243659 A PL 169998 B PT 100739 A RO 110299 A SK 233192 A RU 2089176 C TR 27500 A US 5300283 A US 5334375 A ZA 9205661 A	13-04-1993 15-08-1996 03-03-1994 22-03-1994 25-02-1994 02-03-1994 29-04-1994 28-02-1994 22-12-1994 30-06-1994 02-02-1995 15-06-1996 25-08-1994 04-02-1993 02-02-1993 13-10-1993 18-02-1998 04-07-1996 30-01-1997 14-10-1996 03-02-1993 16-10-1996 02-02-1993 07-06-1993 16-04-1999 29-03-1993 30-12-1996 03-08-1993 01-04-1993 29-09-1997 26-10-1994 30-09-1996 29-10-1993 29-12-1995 10-05-1995 10-09-1997 07-06-1995 05-04-1994 02-08-1994 28-01-1994
US 4202878 A	13-05-1980	US 4129638 A	12-12-1978

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 1282

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

28-09-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 745379 A	04-12-1996	FR 2734831 A	06-12-1996
		CN 1185732 A	24-06-1998
		DE 69600043 D	04-09-1997
		DE 69600043 T	20-11-1997
		ES 2109112 T	01-01-1998
		WO 9638129 A	05-12-1996
		JP 10506646 T	30-06-1998
		US 5763500 A	09-06-1998
WO 9717055 A	15-05-1997	FR 2740678 A	09-05-1997
		CA 2234820 A	15-05-1997
		CN 1215325 A	28-04-1999
		EP 0923367 A	23-06-1999
		JP 11502867 T	09-03-1999
GB 2291429 A	24-01-1996	CA 2153110 A	13-01-1996
		US 5935916 A	10-08-1999
		US 5801134 A	01-09-1998

EPO FORM P0450

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets. No.12/82